

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-073035

(43)Date of publication of application : 21.03.2001

(51)Int.Cl.

C21D 8/02
// C22C 38/00
C22C 38/06

(21)Application number : 11-246819

(71)Applicant : NATL RES INST FOR METALS
KAWASAKI STEEL CORP
MITSUBISHI HEAVY IND LTD
JAPAN SCIENCE &
TECHNOLOGY CORP
NIPPON STEEL CORP

(22)Date of filing : 31.08.1999

(72)Inventor : TORITSUKA SHIRO
HAYASHI TORU
NAKAJIMA HIROSHI
HANAMURA TOSHIHIRO
NAGAI HISASHI

(54) PRODUCTION OF STEEL HAVING SUPERFINE STRUCTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing steel having a superfine structure more industrially easy to be actualized, capable of realizing as an easy process and capable of easily forming its structure into the superfine one.

SOLUTION: Steel having a structure composed of ferrite of $\leq 10 \mu\text{m}$ average grain size and at least one or more kinds among austenite, pearlite, cementite and martensite is subjected to working of ≥ 0.7 distortion in the temp. range from the working temp. of 400°C to Ael point $+50^\circ\text{C}$ to form into steel having a superfine structure of $\leq 1.5 \mu\text{m}$ average grain size and ≥ 650 MPa tensile strength.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.05.2006

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-73035

(P2001-73035A)

(43) 公開日 平成13年3月21日(2001.3.21)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
C 2 1 D 8/02		C 2 1 D 8/02	A 4 K 0 3 2
// C 2 2 C 38/00	3 0 1	C 2 2 C 38/00	3 0 1 A
38/06		38/06	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-246819

(22) 出願日 平成11年8月31日(1999.8.31)

(71) 出願人 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長
茨城県つくば市千現一丁目2番1号

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社
兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(71) 出願人 000006208

三菱重工業株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目5番1号

(74) 代理人 100093230

弁理士 西澤 利夫

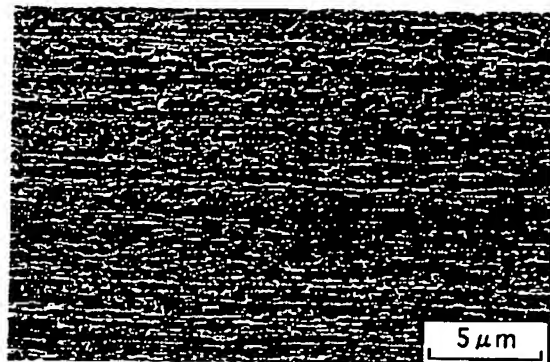
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 超微細組織鋼の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 より工業的に実用化しやすく、平易なプロセスとして実現可能であって、しかも従来よりもはるかに微細組織化することが可能な、新しい超微細組織鋼の製造方法を提供する。

【解決手段】 平均粒径が10 μ m以下のフェライトとオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる組織を有する鋼を加工温度400℃からAe1点+50℃の温度範囲でひずみ0.7以上の加工を行うことで、平均粒径1.5 μ m以下の微細組織を有し、引張り強度650MPa以上の鋼とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下のフェライトとオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる組織を有する鋼を加工温度 400°C から A_{e1} 点 $+50^{\circ}\text{C}$ の温度範囲でひずみ 0.7 以上の加工を行うことを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項2】 鋼を A_{c3} 点以上に加熱してオーステナイト化した後、加工熱処理により平均粒径で $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒と残部がオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる状態を形成し、連続して加工温度 400°C から A_{e1} 点 $+50^{\circ}\text{C}$ の温度範囲でひずみ 0.7 以上の加工を行うことを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項3】 請求項1の方法において、鋼を A_{c3} 点以上に加熱してオーステナイト化した後、 A_{e3} 点以下の準安定オーステナイト域で加工を与え、平均粒径で $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒と残部がオーステナイト、パーライトおよびセメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる状態を形成せしめる超微細組織鋼の製造方法。

【請求項4】 請求項1の方法において、平均粒径で $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒の体積率が 70% 以上で残部がオーステナイト、パーライトおよびセメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる状態を形成せしめることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法。

【請求項5】 化学組成が重量％でC： $0.01-0.2\%$ 、Si： $0.02-1.0\%$ 、Mn： $0.2-2.0\%$ 、Al： $0.001-0.1\%$ 、N： $0.001-0.1\%$ 、P $<0.2\%$ 、S $<0.001\%$ を含むことを特徴とする請求項1ないし4のいずれかの超微細組織鋼の製造方法。

【請求項6】 請求項1ないし5のいずれかの製造方法により得られた超微細組織鋼でフェライトの平均粒径が $1.5\mu\text{m}$ 以下で、第2相としてセメンタイト、パーライト、マルテンサイト、オーステナイトの少なくとも1種以上を含むことを特徴とするフェライト粒主体鋼。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この出願の発明は、超微細組織鋼の製造方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、高価な合金元素を必要とせず、平均粒径が $1.5\mu\text{m}$ 以下の超微細組織鋼の製造を可能とする新しい製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】フェライト粒の微細化は高価な合金元素の添加を必要とせず、また、延性脆性遷移温度も低下させることができるため、従来より、理想的な高強度か手法であると考えられてきている。しかしながら、実際には、最も広く用いられている制御圧延・制御

冷却法では $5\mu\text{m}$ がフェライト粒微細化の限界であった。

【0003】一方、近年、フェライトの割合が 50% 以上の2相域で 50% 以上の圧下を行うことにより、 $2-3\mu\text{m}$ のフェライト粒組織を得る方法が提案されている（特開平8-60239）。しかし、この方法では、 $0.1-0.15\%$ CのSi-Mn鋼の引張強度は、フェライト粒径が $2.6\mu\text{m}$ の場合で 520MPa 程度で、微細化による高強度化が期待されたほどではない。

【0004】さらに、粒子径が $0.1-1\mu\text{m}$ の酸化物粒子を $0.02-0.5$ 個/ μm^2 の密度で分散させた鋼をオーステナイト域で累積圧下率 $10-70\%$ の圧延を行い冷却後、フェライトの割合が $50-90\%$ の状態から累積圧下率 $30-90\%$ の圧延を行うことによってフェライト粒径が $1.4-2.2\mu\text{m}$ の微細組織を得る方法が提案されている（特開平9-202919）。しかし、この方法では、 $0.02-0.5$ 個/ μm^2 という多くの酸化物を分散させる必要がある。さらに、 $0.13\text{C}-0.28\text{Si}-1.36\text{Mn}$ 鋼（Al酸化物分散数 0.06 個/ μm^2 ）で、平均フェライト粒径を $1.9\mu\text{m}$ となった場合でも、引張強度は 448MPa であった。

【0005】この出願の発明者らも、 A_{r3} 点以上の温度で 50% 以上の圧縮加工を加えることにより、平均粒径が $3\mu\text{m}$ 以下で方位差角 15° 以上の大角粒界に囲まれた超微細組織鋼の製造方法を発明した（特開平11-92861）。だが、この方法の場合には、1パス加工が検討されているため、より工業的に広く展開してゆくには、多パス化してゆく方法が求められてきた。

【0006】また、この出願の発明者らは、マルテンサイト組織鋼をフェライト域に再加熱し、温間加工再結晶させて、フェライト平均粒径 $2.5\mu\text{m}$ 以下の超微細フェライト主体鋼を発明した（特開平11-92860）。しかし、この方法は出発組織をマルテンサイトとすることや、再加熱工程が必要であることから、より平易な製造方法が求められている。

【0007】そこで、この出願の発明は、以上のとおりの経緯を踏まえ、より工業的に実際化しやすく、平易なプロセスとして実現可能であって、しかも従来よりもはるかに微細組織化することが可能な、新しい超微細組織鋼の製造方法を提供することを課題としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第1には、平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下のフェライトとオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる組織を有する鋼を加工温度 400°C から A_{e1} 点 $+50^{\circ}\text{C}$ の温度範囲でひずみ 0.7 以上の加工を行うことを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を提供する。

【0009】また、この出願の発明は、第2には、鋼を

Ac 3点以上に加熱してオーステナイト化した後、加工熱処理により平均粒径で $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒と残部がオーステナイト、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種以上からなる状態を形成し、連続して加工温度 400°C から $Ae 1$ 点 $+50^\circ\text{C}$ の温度範囲でひずみ0.7以上の加工を行うことを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を提供する。

【0010】そして、この出願の発明は、第3には、前記第1の発明の方法において、鋼をAc 3点以上に加熱してオーステナイト化した後、 $Ae 3$ 点以下の準安定オーステナイト域で加工を与え、平均粒径で $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒と残部がオーステナイト、パーライトおよびセメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種からなる状態を形成せしめることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を、第4には、平均粒径で $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒の体積率が70%以上で残部がオーステナイト、パーライトおよびセメンタイト、マルテンサイトの少なくとも1種からなる状態を形成せしめることを特徴とする超微細組織鋼の製造方法を提供し、第5には、化学組成が重量%でC:0.01-0.2%, Si:0.02-1.0%, Mn:0.2-2.0%, Al:0.001-0.1%, N:0.001-0.01%, $P<0.2\%$, $S<0.01\%$ を含むことを特徴とする前記第1ないし4のいずれかの発明の超微細組織鋼の製造方法を提供する。

【0011】さらにこの出願の発明は、第6には、前記第1ないし第5のいずれかの発明の製造方法により得られた超微細組織鋼であって、フェライトの平均粒径が $1.5\mu\text{m}$ 以下で、第2相としてセメンタイト、パーライト、マルテンサイト、オーステナイトの少なくとも1種以上を含むことを特徴とするフェライト粒主体鋼を提供する。

【0012】以上のとおりのこの出願の発明は、発明者らによる次のような検討と知見に基づいている。すなわちまず、発明者らは、添付の図1に示すように、強度とフェライト粒径の関係を見出している(CAMP-ISIJ, Vol. 12(1999) 365)。SM490鋼の場合、フェライト粒径 $3.0\mu\text{m}$ ではビッカース硬さで190であり、 $2.0\mu\text{m}$ では195であった。フェライト粒径 $1.5\mu\text{m}$ では210であるが、 $1.5\mu\text{m}$ 以下になると硬さは大きく上昇し、フェライト粒径 $1.0\mu\text{m}$ では、230となる。したがって、微細化によって効果的に高強度(ビッカース硬さで210以上、650MPaの引張強度に相当)を得るには、フェライト粒径は $1.5\mu\text{m}$ 以下とすべきことがわかった。

【0013】なお、引張強度(MPa)はビッカース硬さの3.0-3.3倍である。発明者らの先の提案(特開平11-92861)は相変態により、微細フェライトを形成せしめる方法であり、また、別の提案(特開平11-92860)は再結晶により微細フェライトを形

成せしめる方法であることを特徴としている。これら提案のさらなる検討で、発明者らは、相変態においても、再結晶においても、生成するフェライト粒径は、加工前の粒径に大きく影響され、単純には式①で表することができることを明らかにした。

【0014】

【数1】

$$D = \left\{ k \frac{D_0}{\exp(\varepsilon)} \right\}^{\frac{1}{n}} \quad \text{①}$$

【0015】ここで、 D_0 (μm)は加工前のオーステナイト粒径またはフェライト粒径で、 D は加工後の相変態または再結晶して得られるフェライトの粒径で、 ε はひずみであり、符号は正である。加工前の粒径をできる限り微細にすることが、最終的に微細なフェライト粒組織を得るためには重要であり、また、加工量の軽減につながるものである。

【0016】そこで、この出願の発明者は、加工前のフェライト粒径を微細にする方法として、オーステナイトの加工+変態を用い、微細なフェライト粒をさらに微細化する方法として、フェライトの加工+再結晶を利用し、両者を組み合わせるという方法の特徴としたこの出願の上記のとおりを発明を完成した。

【0017】

【発明の実施の形態】この出願の発明は、上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

【0018】この出願の発明方法を具体的に説明すると、代表的には、「オーステナイト→(加工+変態)→微細フェライト粒 $<10\mu\text{m}$ +オーステナイトorパーライト→(加工+再結晶)→微細フェライト粒 $<1.5\mu\text{m}$ +パーライトorセメンタイト」のプロセスとなる。ここで、重要な点は変態生成するフェライト粒の大きさで、 $10\mu\text{m}$ 以下、望ましくは $5\mu\text{m}$ 以下とすることである。 $10\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒径を変態生成させるためには、 $20\mu\text{m}$ 程度の小さなオーステナイト粒を加速冷却することによっても得られるが、先の発明者らの提案(特開平11-92861でも示したように、準安定(過冷)オーステナイトを強加工することがより微細なフェライト粒径を得るために優れた方法であり、 $5\mu\text{m}$ 以下のフェライト粒径を得ることができる。残部はオーステナイトでも、パーライト、セメンタイト、マルテンサイトのいずれか1種または2種以上でもよい。このような微細フェライト粒を再結晶温度域で加工することによって微細なフェライトが得られる。ここで再結晶温度域とは、 400°C から $Ae 1$ 点 $+50^\circ\text{C}$ の間をさす。加工温度が 400°C 以下となると、すべてのフェライト粒が再結晶せず、伸長粒が見られるようになる。さらに、 $Ae 1$ 点 $+50^\circ\text{C}$ 以上では、微細なフェライト粒は得られず、望ましくは $Ae 1$ 点以下がよい。加工量と

しては、フェライトを再結晶により微細化するためには、加工温度に依存するが、ひずみ ϵ が0.7以上は必要である。また、加工は多パスで与えてもよい。

【0019】Ae1点とはthermocalc等で計算されるセメンタイトの存在する上限温度のことである。この出願の発明の製造方法では、対象とする鋼の化学組成は特に限定されるものではないが、化学組成成分としては、重量%でC:0.01-0.2%, Si:0.02-1.0%, Mn:0.2-2.0%, Al:0.001-0.1%, N:0.001-0.01%, P<0.2%, S<0.01%を含む鋼のフェライト粒微細化にこの発明の方法は有効であり、さらに、重量%でCr:0.01-0.5%, Ni:0.01-3.0%, Mo:0.01-0.5%, Cu:0.01-1.5%, Ti:0.003-0.1%, Nb:0.003-0.05%, V:0.005-0.2%を含まれている鋼にも有効である。

【0020】この出願の発明によって、平均粒径1.5 μ m以下の微細組織鋼が製造可能であり、たとえば、引張り強度で650MPa以上の鋼が得られることになる。

【0021】

【実施例】そこで以下に、この発明の実施例を示し、さらに詳しく実施の形態について説明する。

【0022】なお、全実施例においてフェライト粒径は直線切断法によって測定した。ビッカース硬さの測定加重は4.9Nであった。

実施例1

表1の鋼種1の成分を有する(板厚12mm)を900℃に60s加熱を行い完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は17 μ mであった。650℃まで10K/sで冷却し平均粒径8 μ mのフェライト+オーステナイト+パーライト組織にした。フェライトの体積率は70%であった。直ちに、試験片中心部に圧縮ひずみ $\epsilon=2.3$ 、ひずみ速度10/sの加工を与え、直ちに10K/sで冷却を行った。得られた組織はフェライト+セメンタイト組織であり、試験片中心部の平均フェライト粒径は0.8 μ mであった(図2)。ビッカース硬さは241であった。

実施例2

表1の鋼種1の成分を有する(板厚12mm)を900℃に60s加熱を行い完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は17 μ mであった。600℃まで10K/sで冷却し平均粒径8 μ mのフェライト+パーライト組織にした。フェライトの体積率は75%であった。直ちに、試験片中心部に圧縮ひずみ $\epsilon=2.3$ の加工を与え、直ちに10K/sで冷却を行った。得られた組織はフェライト+セメンタイト組織であり、試験片中心部の平均フェライト粒径は0.5 μ mであった(図3)。ビッカース硬さは287であった。

実施例3

表1の鋼種1の成分を有する棒鋼($\phi 115 \times L600$ mm)を900℃で完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は30 μ mであった。この棒鋼を750℃まで冷却し、穴型圧延により $\phi 79$ mm(減面率53%)まで加工を与えた。この過程でオーステナイトの一部はフェライトに変態し、得られた平均フェライト粒径は10 μ mであり、残部はオーステナイトであった。この鋼を600℃まで冷却し組織をフェライト+パーライト+オーステナイトとした。フェライトの体積率は75%であった。直ちに、穴型圧延により24mm角(減面率91%、圧縮ひずみ $\epsilon=2.4$)まで多パス加工を行った。直ちに水冷した。仕上がり温度は600℃であった。得られた組織はフェライト+セメンタイト組織であり、平均フェライト粒径は1.0 μ mであった(図4)。ビッカース硬さは232であった。

実施例4

表1の鋼種1の成分を有する板(T60 \times L60 \times W30mm)を900℃で完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は25 μ mであった。この板を750℃まで冷却し、鍛造によりT60 \rightarrow 30mmとなるように圧縮加工を加えた。この結果、幅W=約60mmとなったが、幅方向を圧縮加工としてふたたび、30mmとなるように圧縮加工した。この過程でオーステナイトの一部はフェライトに変態し、このときの平均フェライト粒径は3.5 μ mであり、残部はオーステナイト(体積率50%)であった。この鋼を700℃まで冷却し、直ちに、T10mm(減面率65%、圧縮ひずみ $\epsilon=1.1$)までロール圧延を行った。このときの仕上がり温度は600℃であった。得られた組織はフェライト+パーライト組織であり、平均フェライト粒径は1.3 μ mであった(図5)であった。ビッカース硬さは220、引張強さは、680MPaであった。

実施例5

表1の鋼種2の成分を有する板(T50 \times L300 \times W60mm)を900℃に加熱し行い完全にオーステナイト化した。オーステナイト粒径は17 μ mであった。この板をAr3点(745℃)直上の750℃まで冷却し、1パスで35mmまで圧延した。このときの平均フェライト粒径は5 μ mであり、残部はオーステナイトであった。連続して700℃まで冷却後、板厚10mmまで3パスで圧延を行った(圧縮ひずみ=1.3)。この際の1パス圧下率は30-45%であり、圧延終了時の温度は650℃であった。圧延後、直ちに水冷した。得られた鋼の平均フェライト粒径は1.2 μ mであり、残部はパーライトとマルテンサイトであった(図6)。本鋼のビッカース硬さは256、引張強さは、825MPaであった。

比較例1

表1の成分を有する板を1050℃で完全にオーステナ

イト化した。この板を830℃で圧延終了するように減面率50%の粗圧延をおこなった。その後ただちに、0.4 K/sで冷却し、フェライト平均粒径20 μ mのフェライト+オーステナイト組織とした。板を引き続き730から700℃で73%の仕上げ圧延を行った。得られたフェライト粒径は2.7 μ mであった。ビッカース硬さは156、引張強度は514MPaであった。

比較例2

表1の成分を有する板を1050℃で完全にオーステナ

イト化した。この板を830℃で圧延終了するように減面率73%の粗圧延をおこなった。その後ただちに、0.7 K/sで冷却し、フェライト平均粒径18 μ mのフェライト+オーステナイト組織とした。板を引き続き710から685℃で50%の仕上げ圧延を行った。得られたフェライト粒径は2.6 μ mであった。ビッカース硬さは160、引張強度は530MPaであった。

【0023】

【表1】

鋼の組成 (mass%)

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Al	Nb	Ti	Ni	Cu	B	N	Fe
1	0.15	0.2	1.5	0.015	0.005	0.03	-	-	-	-	-	0.003	Bal.
2	0.13	0.4	1.39	0.01	0.02	0.03	0.03	0.01	0.14	0.19	0.0008	0.003	Bal.

鋼種1 Ae1点=699℃, Ae3点=817℃

【0024】

【発明の効果】以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、より工業的に実際化しやすく、平易なプロセスとして実現可能であって、しかも従来よりはるかに微細組織化することが可能な、新しい超微細組織鋼の製造方法が提供される。

【0025】平均粒径1.5 μ m以下の微細組織鋼が製造可能であり、たとえば、引張り強度で650MPa以下の鋼が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】フェライト粒径とビッカース硬さの関係を示した図である。

【図2】実施例1の組織のSEM写真図である。

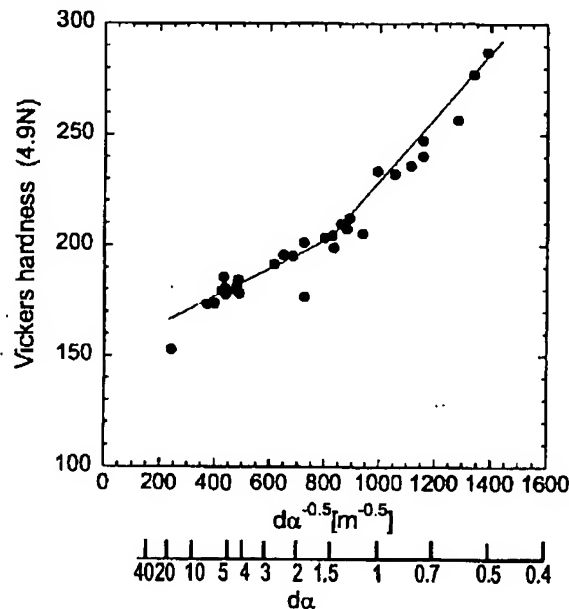
【図3】実施例2の組織のSEM写真図である。

【図4】実施例3の組織のSEM写真図である。

【図5】実施例4の組織のSEM写真図である。

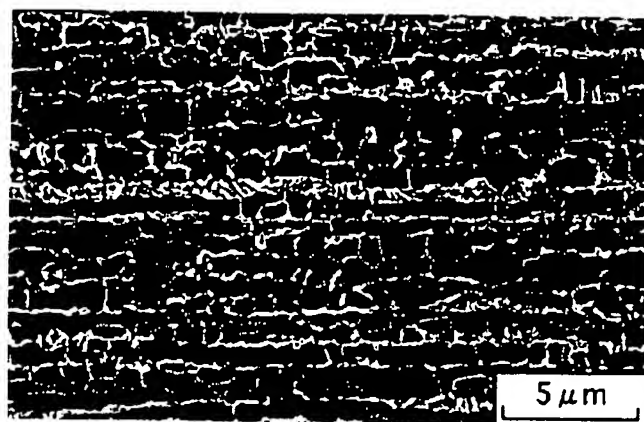
【図6】実施例5の組織のSEM写真図である。

【図1】

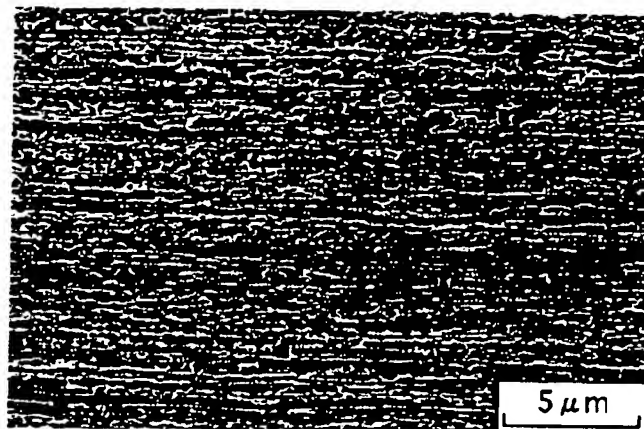


(6) 開2001-73035 (P2001-7%紙織)

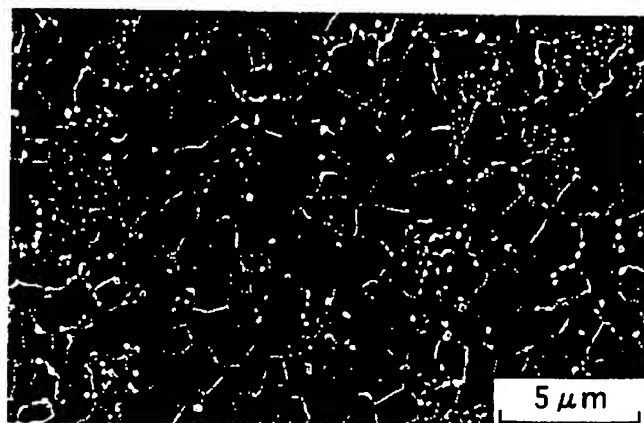
【図2】



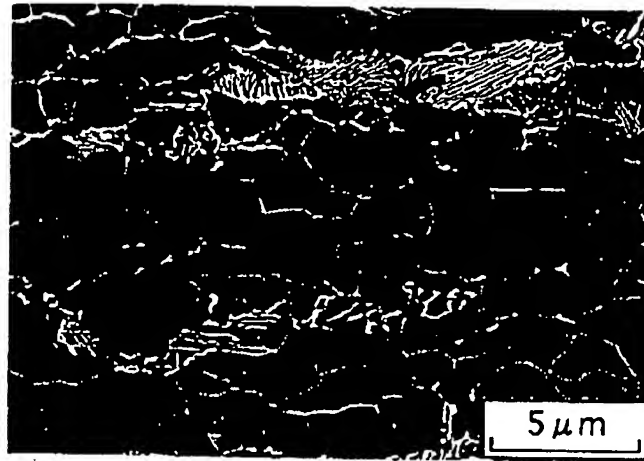
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(71)出願人 396020800
科学技術振興事業団
埼玉県川口市本町4丁目1番8号
(71)出願人 000006655
新日本製鐵株式会社
東京都千代田区大手町2丁目6番3号
(72)発明者 鳥塚 史郎
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所内
(72)発明者 林 透
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所内

(72)発明者 中嶋 宏
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所内
(72)発明者 花村 年裕
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所内
(72)発明者 長井 寿
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学
技術庁金属材料技術研究所内

(8) 開2001-73035 (P2001-7p) 殖綴

Fターム(参考) 4K032 AA01 AA02 AA04 AA05 AA14
AA16 AA21 AA22 AA23 AA27
AA29 AA31 AA35 BA01 CA01
CC02 CD03